

524,031

(12)特許協力条約に基づいて公開された国際出願

Rec'd PCT/PTO

09 FEB 2005

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局(43) 国際公開日
2004 年 9 月 23 日 (23.09.2004)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 2004/081119 A1

- (51) 国際特許分類⁷: C09C 1/64 (81) 指定国 (国内): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, KE, KG, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NI, NO, NZ, OM, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2003/003026 (84) 指定国 (広域): ARIPO 特許 (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア特許 (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ特許 (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI 特許 (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).
- (22) 国際出願日: 2003 年 3 月 13 日 (13.03.2003)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 東洋アルミニウム株式会社 (TOYO ALUMINIUM KABUSHIKI KAISHA) [JP/JP]; 〒541-0056 大阪府大阪市中央区久太郎町三丁目 6 番 8 号 Osaka (JP).
- (72) 発明者; および
- (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 南勝啓 (MI-NAMI, Katsuhiko) [JP/JP]; 〒636-0311 奈良県磯城郡田原本町八尾 650-1-101 Nara (JP).
- (74) 代理人: 深見 久郎, 外 (FUKAMI, Hisao et al.); 〒530-0054 大阪府大阪市北区南森町 2 丁目 1 番 2 9 号三井住友銀行南森町ビル 深見特許事務所 Osaka (JP).
- 添付公開書類:
— 国際調査報告書
- 2 文字コード及び他の略語については、定期発行される各 PCT ガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

(54) Title: ALUMINUM FLAKE PIGMENT, COATING COMPOSITION CONTAINING THE SAME, INK COMPOSITION, AND COATING FILM OBTAINED THEREFROM

(54) 発明の名称: アルミニウムフレーク顔料、それを含む塗料組成物、インキ組成物およびそれらの塗膜

(57) Abstract: An aluminum flake pigment which has an excellent metallic luster, a fine texture, and an appearance similar to that of high-grade silver-plated objects. The pigment is obtained by polishing aluminum particles in an organic solvent and has an average thickness (t) of 0.025 to 0.08 μm and an average particle diameter (D_{50}) of 8 to 30 μm . The aluminum particles preferably are ones produced by the atomization method. A ball mill is preferably used as an apparatus for conducting this polishing.

(57) 要約: 金属光沢に優れ、キメが細かく、銀のような高級感のあるメッキ調の外観を有する、アルミニウムフレーク顔料を提供するために、アルミニウム粉末を有機溶媒中で磨砕して得られる、平均厚み (t) が 0.025 μm ~ 0.08 μm の範囲にあり、平均粒子径 (D_{50}) が 8 μm ~ 30 μm の範囲にある、アルミニウムフレーク顔料を提供する。ここで、このアルミニウム粉は、アトマイズド法により製造されたことが好ましい。また、この磨砕を行なう磨砕装置としては、ボールミルを使用することが好ましい。

WO 2004/081119 A1

明細書

アルミニウムフレーク顔料、それを含む塗料組成物、インキ組成物
およびそれらの塗膜

5

技術分野

本発明は、メタリック調のアルミニウムフレーク顔料に関する。さらに詳しくは、本発明は、金属光沢に優れ、キメが細かく、銀のような高級感のあるメッキ調の外観を有する、アルミニウムフレーク顔料に関する。

10

また、本発明は、金属光沢に優れ、キメが細かく、銀のような高級感のあるメッキ調の外観を有する、メタリック塗料組成物、メタリックインキ組成物およびそれらの塗膜に関する。

背景技術

15

従来、アルミニウムフレーク顔料は、自動車、自動二輪車、自転車、その他の車両などのボディおよびその部品、カメラ、ビデオカメラなどの光学機器、OA機器、スポーツ用品、食品、飲料品、化粧品などの容器、ラジカセ、CDプレーヤーなどの音響製品、掃除機、電話機、テレビなどの家庭用品、のような種々の分野で、あるいは、グラビア印刷、オフセット印刷、スクリーン印刷などの分野において、塗料組成物またはインキ組成物に配合される光輝性顔料として幅広く用いられてきた。

20

現在までに、各方面でさまざまなタイプのアルミニウムフレーク顔料が開発されているが、代表的なものとしては、たとえば、特開平10-1625号公報に開示されているように、平均粒子径が $18 \sim 30 \mu\text{m}$ の範囲にあり、平均厚みが $0.5 \sim 1.5 \mu\text{m}$ の範囲にある、アルミニウムフレーク顔料などが多用されている。

25

しかしながら、これらの分野でのアルミニウムフレーク顔料に対する要求特性は年々向上しており、特にグラビア印刷、オフセット印刷、スクリーン印刷などでは、金属光沢に優れ、キメが細かく、銀のようなメッキ調の輝きを有する、高

級感のある印刷層を得ることのできるアルミニウムフレーク顔料が求められている。一方、塗料組成物の分野でも、メッキ調の輝きを有する、高級感のある塗膜を得ることができるアルミニウムフレーク顔料に対する強い要求がある。

このような要求に対して、従来は、アルミニウムを樹脂フィルムの上に0.02～0.06 μm の範囲の厚さで蒸着し、その後当該フィルムを溶解除去して得られた蒸着アルミニウム薄膜を、フレーク状に粉砕することにより得られたアルミニウム蒸着フレーク顔料を使用することにより対処してきた。

しかし、この方法は、生産性が非常に低いため、性能とコストが釣り合わず、その使用範囲は狭い用途に限られていた。また、蒸着粉のような厚みの薄いアルミニウムフレーク顔料を従来のボールミルなどを用いた湿式の粉砕、磨砕（以下単に磨砕という）により製造しようとしても、厚みが十分薄くなる前に、粉砕により分断されてしまうため、そのようなアルミニウムフレーク顔料を使用しても十分なメッキ調塗膜やインキは得られなかった。

発明の開示

上記の現状に基づき、本発明の主な目的は、金属光沢に優れ、キメが細かく、銀のような高級感のあるメッキ調の外観を有する、アルミニウムフレーク顔料を提供することである。

また、本発明の別の目的は、金属光沢に優れ、キメが細かく、銀のような高級感のあるメッキ調の外観を有し、同時に、アトマイズドアルミニウム粉末をボールミルなどを用いて湿式で磨砕することにより製造可能であるために製造コストが低い、アルミニウムフレーク顔料を提供することである。

さらに、本発明のもう一つの目的は、金属光沢に優れ、キメが細かく、銀のような高級感のあるメッキ調の外観を有する、塗料組成物およびインキ組成物を提供することである。加えて、本発明のさらに別の目的は、金属光沢に優れ、キメが細かく、銀のような高級感のあるメッキ調の外観を有する、塗膜を提供することである。

本発明者らは、上記の課題を解決するため、アルミニウムフレーク顔料の形状、表面平滑性、平均粒子径、粒子径分布、平均厚み、厚み分布、アスペクト比など

と、当該アルミニウムフレーク顔料を含有する塗膜の反射率などと、の関係を詳細に検討した。

その結果、本発明者らは、特定の平均粒子径および特定の平均厚みを有するアルミニウムフレーク顔料により、金属光沢に優れ、キメが細かく、銀のような高級感のあるメッキ調の外観を有する塗膜が得られることを見出した。また、その
5 ようなアルミニウムフレーク顔料の製造方法についても検討した結果、アトマイズド法により製造されたアルミニウム粉末を、ボールミルなどを用いて湿式で磨砕することにより、低い製造コストで製造可能であることを見出し、本発明を完成させた。

すなわち、本発明は、アルミニウム粉末を有機溶媒中で磨砕して得られる、平均厚み（ t ）が $0.025\mu\text{m} \sim 0.08\mu\text{m}$ の範囲にあり、平均粒子径（ D_{50} ）が $8\mu\text{m} \sim 30\mu\text{m}$ の範囲にある、アルミニウムフレーク顔料である。ここで、このアルミニウム粉末は、アトマイズ法により製造されたアルミニウム粉末であることが好ましい。

また、本発明は、このアルミニウムフレーク顔料と、バインダと、溶剤と、を含む塗料組成物を含む。さらに、本発明は、このアルミニウムフレーク顔料と、バインダと、溶剤と、を含むインキ組成物を含む。

そして、本発明は、この塗料組成物を基材に塗装後、乾燥して得られる塗膜を含む。加えて、本発明は、このインキ組成物を基材に印刷後、乾燥して得られる
20 塗膜を含む。

発明を実施するための最良の形態

以下、実施の形態を示して本発明をより詳細に説明する。

本発明は、平均厚み（ t ）が $0.025\mu\text{m} \sim 0.08\mu\text{m}$ の範囲にあり、平均粒子径（ D_{50} ）が $8\mu\text{m} \sim 30\mu\text{m}$ の範囲にある、アルミニウムフレーク顔料
25 である。

<アルミニウムフレーク顔料の平均厚み>

本発明のアルミニウムフレーク顔料が、金属光沢に優れ、キメが細かく、銀のような高級感のあるメッキ調の外観を有するには、アルミニウムフレーク顔料粒

子の平均厚み (t) が $0.025 \sim 0.08 \mu\text{m}$ の範囲にあることが必要であり、
 $0.04 \sim 0.07 \mu\text{m}$ の範囲にあることが好ましい。

平均厚みが $0.08 \mu\text{m}$ を超える場合には、アルミニウムフレーク顔料粒子表面の平滑性が十分でないため金属光沢が低下し、隠蔽力が不足し、印刷面や塗膜
5 のキメの細かさに従来のメタリック顔料と大した差が認められず、銀のような高級感のあるメッキ調の仕上がりとならないという問題がある。

一方で、平均厚みが $0.025 \mu\text{m}$ 未満では、アルミニウムフレーク顔料粒子の強度があまりにも弱くなり、塗料組成物やインキ組成物の作製中にアルミニウム
10 フレーク顔料粒子の破損や屈曲などが多くなり、健全な印刷層や塗膜が形成できない上に、磨砕に時間がかかりすぎるため実質的に生産ができないという問題がある。

なお、本明細書でいう平均厚みとは、原子間力顕微鏡を用いた測定により決定されたものである。

<アルミニウムフレーク顔料の平均粒子径>

15 本発明のアルミニウムフレーク顔料の平均粒子径 (D_{50}) は $8 \sim 30 \mu\text{m}$ の範囲にある必要があり、 $10 \sim 25 \mu\text{m}$ の範囲にあることが好ましい。ここで、平均粒子径が小さいアルミニウムフレーク顔料は、一般的に、高い輝度が得られにくい傾向がある。そのため、平均粒子径が $8 \mu\text{m}$ 未満では、強い金属光沢、高い反射率が得られず、一方で、平均粒子径が $30 \mu\text{m}$ を超えると、印刷面や塗膜の
20 キメの細かさが得られなくなるとともに、粒子感やキラキラ感が強調されすぎて、銀のような高級感のあるメッキ調の仕上がりとならない。

なお、本明細書でいう平均粒子径とは、ハネウエル (Honeywell) 社製、マイクロトラック (Microtrac) HRA を用いて測定したものである。

<原料アルミニウム粉末>

25 本発明のアルミニウムフレーク顔料の原料となるアトマイズドアルミニウム粉末は、従来公知のアトマイズ法により得られるアルミニウム粉末であって、その噴霧媒は特に限定されず、たとえば、空気、窒素、アルゴンガス、二酸化炭素ガス、ヘリウムガス、およびこれらのガスを少なくとも一種以上含む混合ガスなど

が使用できる。また、水などの液体を噴霧媒として用いることもできる。これらの噴霧媒の中でも、アルゴンガスあるいは窒素ガスを用いたアトマイズ法により得られるアルミニウム粉末が特に好適である。

本発明に用いるアトマイズドアルミニウム粉末の形状は、特に限定されず、たとえば、球状、扁平状、板状、涙滴状、針状、回転楕円体状、不定形状、などのいずれであっても差し支えないが、球状に近い方が好ましい。

また、当該アルミニウム粉末に含まれる酸素量は、当該アルミニウム粉末の粒度や形状にもよるが、0.5質量%以下が好ましい。酸素量が0.5質量%を超える場合には、酸化皮膜が強固となり、延性の低下によって薄いフレークの製造が困難となる傾向がある。

さらに、当該アルミニウム粉末の酸素を除く純度は、特に限定されず、純アルミニウムであってもよいし、公知のアルミニウム合金であってもよい。しかしながら塗膜や印刷物の光沢の面からは、通常の純アルミニウムの使用が好ましく、純度99.9質量%以上の純アルミニウムであればさらに好ましい。

当該アルミニウム粉末の大きさは、平均粒子径が1~10 μ mの範囲にあることが好ましく、2~8 μ mの範囲にあればさらに好ましい。平均粒子径が1 μ m未満の場合には、当該アルミニウム粉末を磨砕によりフレーク化することが難しい傾向があり、平均粒子径が10 μ mを超える場合には、磨砕時間が極端に長くなり光沢が低下する恐れがある。

<アルミニウムフレーク顔料の製造方法>

本発明のアルミニウムフレーク顔料の製造方法は、特に制限されず、従来公知の方法で製造することも可能ではあるが、たとえば、原料としてアトマイズドアルミニウム粉末を使用し、有機溶媒の存在下、ボールミルを用いて、10時間以上の磨砕処理をすることが好ましい。

本発明のアルミニウムフレーク顔料の製造方法において用いるボールミル内で使用する磨砕メディアとしては、従来公知の工業用磨砕ボールが使用できるが、たとえば、直径が0.3~4mmの範囲にある鋼球やステンレス球などが好適に使用できる。

当該磨砕ボールの量は、ボールミルの大きさ、回転数にもよるが、通常アルミ

ニウム粉末 1 質量部とした場合、40～150 質量部の範囲にあることが好ましい。ボールミルの回転数（一般に回転速度とも称する）は、ボールミルの大きさ、ボール材質、ボール径、ボール量などにより適宜変更されるが、通常、臨界回転数の 30～95% の範囲にあることが好ましい。

- 5 本発明のアルミニウムフレーク顔料の製造方法としては、原料アルミニウム粉末を一旦ボールミル中で磨砕し、フィルタープレスなどで固液分離したフィルターケーキを使用し、さらに磨砕を継続する 2 段磨砕方式を採用する方法が好適である。1 段目の磨砕では、原料アルミニウム粉末をある程度まで効率よく延ばし、
10 2 段目の磨砕では、フレーク化途中のアルミニウム粒子の分断を避け、さらに効率よく薄片化するために、磨砕条件を 1 段目とは異なる条件に変更することが好ましい。具体的には、2 段目の磨砕では、磨砕ボール径を小さくしたり、磨砕時の有機溶媒量を増加させたりすることにより、フレーク化途中のアルミニウム粒子の分断を避けながら薄片化を進めることができる。

- 15 本発明のアルミニウムフレーク顔料の製造方法において用いる磨砕助剤は、特に限定されるものではなく、従来公知のものを使用可能であるが、たとえば、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、アラキン酸、ベヘニン酸などの高級脂肪酸、オレイン酸などの高級不飽和脂肪酸、ステアリンアミンなどの高級脂肪族アミン、ステアリルアルコール、オレイルアルコールなどの高級脂肪族アルコール、ステアリン酸アミド、オレイン酸アミドなどの高級脂肪酸アミド、
20 ステアリン酸アルミニウム、オレイン酸アルミニウムなどの高級脂肪酸金属塩などが挙げられる。

- 25 当該磨砕助剤は、原料アルミニウム粉末に対し、0.1～10 質量% の範囲で使用することが好ましく、0.2～5 質量% の範囲で使用すればさらに好ましい。磨砕助剤の量が 0.1 質量% 未満では、磨砕により原料アルミニウム粉末の比表面積が増大したとき、磨砕助剤が不足となり、フレーク化途中のアルミニウム粒子が凝集する傾向がある。一方で、磨砕助剤の量が 10 質量% を超える場合には、塗膜や印刷層の外観や耐久性に対し悪影響をおよぼす恐れがある。

 本発明のアルミニウムフレーク顔料の製造方法において用いる磨砕溶剤としては、特に限定されるものではなく、従来公知の溶剤を使用可能であるが、たとえ

ば、ミネラルスピリット、ソルベントナフサなどの炭化水素系溶剤やアルコール系、エーテル系、ケトン系、エステル系の溶剤が好適に使用できる。また、前記の溶剤の中でも、安全性の面から、ミネラルスピリット、ソルベントナフサなどの高沸点の炭化水素系溶剤の使用が特に好ましい。さらに、原料アルミニウム粉末 100 質量部に対する磨砕溶剤の量は、250～2000 質量部の範囲にあることが好ましい。

さらに、本発明アルミニウムフレーク顔料の製造方法においては、磨砕装置としては、上記のようにボールミルのみに限定されるわけではなく、アトライター、振動ミルなどの従来公知の磨砕装置でも好適に製造可能である。

そして、本発明のアルミニウムフレーク顔料は、通常、ミネラルスピリット、ソルベントナフサ、トルエン、酢酸エチルなどの溶剤に配合して販売、流通されることが多いが、これらの溶剤を除去して流通させることも可能であるし、少量の溶剤で湿潤処理して市場に提供することもできる。

<塗料組成物およびインキ組成物>

本発明のアルミニウムフレーク顔料は、塗料組成物、インキ組成物、ゴム組成物、プラスチック組成物、エラストマー組成物などに配合し、それらの組成物に、金属光沢に優れ、キメが細かく、銀のような高級感のあるメッキ調の外観を付与することができる。

本発明の塗料組成物およびインキ組成物は、本発明のアルミニウムフレーク顔料と、溶剤と、バインダと、を含有する。本発明の塗料組成物およびインキ組成物には、本発明のアルミニウムフレーク顔料を 0.1～30 質量%の範囲で配合することが好ましい。また、本発明の塗料組成物およびインキ組成物には、必要に応じて、他の着色顔料や染料を加えることができる。

本発明の塗料組成物およびインキ組成物に用いる溶剤としては、特に限定されず、従来公知の溶剤を使用できるが、たとえば、ミネラルスピリット、ヘキサン、ヘプタン、シクロヘキサン、オクタンなどの脂肪族炭化水素、ベンゼン、トルエン、キシレンなどの芳香族炭化水素、クロルベンゼン、トリクロルベンゼン、パークロルエチレン、トリクロルエチレンなどのハロゲン化炭化水素、メタノール、エタノール、n-プロピルアルコール、n-ブタノールなどのアルコール類、n

ープロパノン、2-ブタノンなどのケトン類、酢酸エチル、酢酸プロピル等のエステル類、テトラヒドロフラン、ジエチルエーテル、エチルプロピルエーテルなどのエーテル類、その他テレピン油などが挙げられる。また、当該溶剤は、単独で、あるいは二種以上を混合して使用することができる。

5 また、上記の説明は、溶剤が有機溶剤の場合であるが、本発明の塗料組成物およびインキ組成物に用いる溶剤は、水であってもよい。この場合、本発明のアルミニウムフレーク顔料を、樹脂組成物やリン系化合物で被覆して、その上で、バインダと、水と、配合することにより、水性の塗料組成物やインキ組成物として使用可能である。

10 本発明の塗料組成物およびインキ組成物に用いるバインダとしては、特に限定されず、従来公知の塗膜形成用樹脂などを好適に用いることができるが、たとえば、アクリル系樹脂、ポリエステル系樹脂、アルキド系樹脂、フッ素系樹脂などが挙げられ、アミノ系樹脂やブロックポリイソシアネート系樹脂などの架橋剤と併せて使用することもできる。これらの樹脂の他にも、自然乾燥により硬化する
15 ラッカー、2液型ポリウレタン系樹脂やシリコーン系樹脂なども使用することができる。本発明のインキ組成物に用いるバインダの場合には、これらの他にも、あまに油、ひまし油などの油類、フェノール樹脂、ロジンなどの天然樹脂なども適宜必要に応じて配合できる。また、当該バインダは、単独で、あるいは二種以上を混合して使用することができる。

20 また、本発明の塗料組成物およびインキ組成物に添加することのできる、着色顔料としては、特に限定されず、従来公知の着色顔料を、本発明の特性を損なわない程度に添加することができるが、たとえば、キナクリドンレッド、フタロシアニンプルー、フタロシアニングリーン、イソインドリノンイエロー、カーボン
25 ブラック、ペリレン、アゾレーキなどの有機顔料、酸化鉄、酸化チタン、コバルトブルー、亜鉛華、群青、酸化クロム、マイカ、黄鉛などの無機顔料などが好適に使用できる。また、当該着色顔料は、一種に限らず二種以上を混合してあるいは同時に添加して使用することもできる。

 また、本発明の塗料組成物およびインキ組成物には、これらの他、紫外線吸収剤、増粘剤、静電気除去剤、分散剤、酸化防止剤、艶だし剤、界面活性剤、合成

保存剤、潤滑剤、可塑剤、硬化剤、フィラーなどの強化剤、ワックスなどを必要に応じて添加してもよい。

＜塗料組成物の塗装方法およびインキ組成物の印刷方法＞

5 本発明の塗料組成物を塗装する方法としては、従来公知の方法が採用でき、刷毛塗り法、スプレー法、ドクターブレード法、ロールコーター法、バーコーター法、などが挙げられる。また、本発明のインキ組成物を使用して印刷する方法としては、グラビア印刷などの凹版印刷法、オフセット印刷（または転写印刷ともいう）、スクリーン印刷、などの凸版印刷法、平版印刷法、などが挙げられる。

10 本発明の塗料組成物およびインキ組成物の被塗物としての基材は、特に限定されず、塗料組成物を塗布できる物品であれば好適に用いることができるが、たとえば、自動車、自動二輪車、自転車、その他の車両などのボディおよびその部品、カメラ、ビデオカメラなどの光学機器、OA機器、スポーツ用品、化粧品などの容器、ラジカセやCDプレーヤーなどの音響製品、掃除機、電話機、テレビなどの家庭用品、などが挙げられる。

15 また、当該基材の材質も、特に限定されず、従来公知のものをを用いることができるが、たとえば、セラミックス、ガラス、セメント、コンクリートなどの無機材料、天然樹脂、合成樹脂などのプラスチック材料、金属、木材、紙などが挙げられる。

20 以下、実施例を挙げて本発明をより詳細に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

＜実施例 1＞

25 内径 500 mm、長さ 180 mm のボールミル内に、平均粒子径 3 μ m のアトマイズドアルミニウム球状粉を 1 kg、ミネラルスピリット 6 L、およびオレイン酸 100 g からなる配合物を充填し、直径 1.8 mm のスチールボール 50 kg を用いて、33 rpm（臨界回転数の 55% 相当）にて、8 時間かけて 1 段目の磨砕を行なった。

1 段目の磨砕後、ボールミル内のスラリーをミネラルスピリットで洗い出し、パンフィルターで固液分離した。その後、得られたフィルターケーキ（不揮発分 85%）からアルミニウム金属分換算で 500 g を、再度直径が 1.5 mm のス

チールボール 50 kg を投入した同型ボールミルに戻し、さらにミネラルスピリット 5 L およびオレイン酸 100 g を追加して、40 rpm (臨界回転数の 67% 相当) にて、20 時間かけて 2 段目の磨砕を行なった。

2 段目の磨砕終了後、ボールミル内のスラリーをミネラルスピリットで洗い出し、400 メッシュ、500 メッシュのスクリーンに順次かけ、得られたケーキをニーダーミキサーに移し、不揮発分 30% のアルミニウムフレーク顔料を含んだペーストを得た。

< 実施例 2 >

2 段目の磨砕を直径 1.0 mm のスチールボールで行った以外は、実施例 1 と同一の条件を採用し、アルミニウムフレーク顔料を含んだペーストを得た。

< 実施例 3 >

原料として平均粒子径 5 μ m のアトマイズドアルミニウム球状粉を使用した以外は、実施例 1 と同一の条件を採用し、アルミニウムフレーク顔料を含んだペーストを得た。

< 実施例 4 >

原料として平均粒子径 5 μ m のアトマイズドアルミニウム球状粉を使用し、かつ、2 段目の磨砕を直径 1.0 mm のスチールボールで行った以外は、実施例 1 と同一の条件を採用し、アルミニウムフレーク顔料を含んだペーストを得た。

< 実施例 5 >

2 段目の磨砕時間を 30 時間とした以外は、実施例 1 と同一の条件を採用し、アルミニウムフレーク顔料を含んだペーストを得た。

< 比較例 1 >

2 段目の磨砕時間を 8 時間とした以外は、実施例 1 と同一の条件を採用し、アルミニウムフレーク顔料を含んだペーストを得た。

< 比較例 2 >

原料として平均粒子径 10 μ m のアトマイズドアルミニウム球状粉を使用した以外は、実施例 1 と同一の条件を採用し、アルミニウムフレーク顔料を含んだペーストを得た。

< 比較例 3 >

比較例として、東洋アルミニウム（株）製、メタシーンKM1000（蒸着アルミニウムフレーク顔料）を採用し、特に手を加えずにそのままアルミニウムフレーク顔料として用いた。

＜評価結果＞

- 5 実施例1～5および比較例1～3で得られたアルミニウムフレーク顔料の平均厚み、平均粒子径、製造コスト、および、当該アルミニウムフレーク顔料を含有する塗料組成物の塗膜の反射率を、下記の測定方法（i）～（iii）に従って測定して評価した。評価結果を表1に示す。

（i）平均厚み： t （ μm ）の測定方法

- 10 アルミニウムフレーク顔料を含んだアルミニウムペーストあるいはアルミニウムフレーク顔料を、アセトンで十分洗浄した後、十分乾燥させてアルミニウムパウダーを得る。得られたアルミニウムパウダーをガラス板状に均一に分散させ、プローブ顕微鏡（セイコーインスツルメンツ（株）製、ナノピクス（Nanopix）1000）にて、粒子の厚さ10個について測定し、その平均値を平均
- 15 厚みとした。

（ii）平均粒子径： D_{50} （ μm ）の測定方法

下記の配合からなる混合物を、ガラス棒で攪拌し、レーザー回折式粒度分布測定装置（マイクロトラックHRA）の測定系内循環水に投入し、超音波で30秒分散させた後、測定した。

- 20 アルミニウムペースト : 0.5 g
トライトンx-100（*1） : 1.0 g
エチレングリコール : 5.0 g

ただし、上記の配合において、*1で示す商品は、ユニオンカーバイドコーポレーション製、ノニオン系界面活性剤である。

- 25 （iii）塗膜の反射率（%）の測定方法

下記の配合からなる混合物を、ガラス棒で攪拌後、空気圧 1.0 kg/cm^2 でアルミニウム板にスプレー塗装し、 80°C 、20分間の焼付処理を施したのち、グロスメータ（東京電色（株）製、TC-108DP）を用いて、入射角 60° 、受光角 60° にてグロス値を測定する。

アルミニウムフレーク顔料 : 1.0 g (金属分換算)
 ポリタック 3000 (*2) : 6.67 g
 ポリタックシンナー (*2) : 100 g

ただし、上記の配合において、*2で示す商品は、東邦化研(株)製、アクリルラッカークリヤー樹脂である。

表 1

	アルミニウムフレーク顔料の 粒子厚み(μm)	アルミニウムフレーク顔料の 平均粒子径(μm)	塗膜の反射 率(%)
実施例1	0.045	12.8	80
実施例2	0.063	13.8	84
実施例3	0.050	16.3	92
実施例4	0.060	18.9	74
実施例5	0.030	10.1	82
比較例1	0.103	13.1	61
比較例2	0.513	32.3	52
比較例3	0.025	11.1	115

上記の評価結果の表1で示されるように、実施例1～5のアルミニウムフレーク顔料を含む塗料を用いた塗膜は、比較例1～2と比べて、反射率が明らかに高く、比較例3のアルミニウム蒸着フレーク顔料を用いた場合には及ばないものの、非常に近い値となっている。

今回開示された実施の形態および実施例はすべての点で例示であって制限的なものではないと考えられるべきである。本発明の範囲は上記した説明ではなくて特許請求の範囲によって示され、特許請求の範囲と均等の意味および範囲内でのすべての変更が含まれることが意図される。

産業上の利用可能性

上記の評価結果より、本発明のアルミニウムフレーク顔料は、反射率が高いため、極めて薄い塗膜であっても、金属光沢に優れ、キメが細かく、銀のような、メッキ調の、高級感のある光沢を得ることができると同時に、蒸着プロセスを経

ないで製造されるので、低コストで大量生産に適する。

本発明のアルミニウムフレーク顔料を使用した塗料組成物およびインキ組成物は、反射率が高いため、極めて薄い塗膜および印刷層であっても、金属光沢に優れ、キメが細かく、銀のような、メッキ調の、高級感のある光沢を得ることができる。

5

また、本発明のアルミニウムフレーク顔料を使用した塗膜および印刷層は、高い正反射率を有するため、金属光沢に優れ、キメが細かく、銀のような、メッキ調の、高級感のある外観を得ることができる。

請求の範囲

1. アルミニウム粉末を有機溶媒中で磨砕して得られる、平均厚み（ t ）が $0.025\mu\text{m} \sim 0.08\mu\text{m}$ の範囲にあり、平均粒子径（ D_{50} ）が $8\mu\text{m} \sim 30\mu\text{m}$ の範囲にある、アルミニウムフレーク顔料。
5
2. 前記アルミニウム粉末は、アトマイズ法により製造されたことを特徴とする、請求項 1 に記載のアルミニウムフレーク顔料。
3. 請求項 1 または請求項 2 に記載のアルミニウムフレーク顔料と、バインダと、溶剤と、を含む塗料組成物。
- 10 4. 請求項 1 または請求項 2 に記載のアルミニウムフレーク顔料と、バインダと、溶剤と、を含むインキ組成物。
5. 請求項 3 に記載の塗料組成物を基材に塗装後、乾燥して得られる塗膜。
6. 請求項 4 に記載のインキ組成物を基材に印刷後、乾燥して得られる塗膜。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP03/03026

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
Int.Cl⁷ C09C1/64

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
Int.Cl⁷ C09C1/64

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched
Jitsuyo Shinan Koho 1922-1996 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2003
Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2003 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2003

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X, Y	JP 2001-29877 A (Kansai Paint Co., Ltd.), 06 February, 2001 (06.02.01), Claims; Par. Nos. [0015] to [0016] (Family: none)	1-6
Y	JP 10-152625 A (Hajime OKAZAKI), 09 June, 1998 (09.06.98), Claims; Par. No. [0010] (Family: none)	1-6
Y	EP 1080810 A1 (ASAHI KASEI METALS LTD.), 07 March, 2002 (07.03.02), Claims & AU 738308 B & JP 2000-544458 X & US 6454847 B1 & WO 9954074 A1	1-6

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"E" earlier document but published on or after the international filing date	"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	"&" document member of the same patent family
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	

Date of the actual completion of the international search
30 April, 2003 (30.04.03)

Date of mailing of the international search report
20 May, 2003 (20.05.03)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

PCT/JP03/03026

Relevant to claim No.

1-6

1-6

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁷ C09C1/64

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁷ C09C1/64

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1922-1996年

日本国公開実用新案公報 1971-2003年

日本国登録実用新案公報 1994-2003年

日本国実用新案登録公報 1996-2003年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X, Y	JP 2001-29877 A (関西ペイント株式会社) 2001.02.06 特許請求の範囲、【0015】-【0016】 (ファミリーなし)	1-6
Y	JP 10-152625 A (岡崎一) 1998.06.09 特許請求の範囲、【0010】 (ファミリーなし)	1-6
Y	EP 1080810 A1 (ASAHI KASEI METALS LIMITED) 2002.03.07 Claims & AU 738308 B & JP 2000-544458 X & US 6454847 B1 & WO 9954074 A1	1-6

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)

「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

30.04.03

国際調査報告の発送日

20.05.03

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

山田 泰之

4V

8720

電話番号 03-3581-1101 内線 3483

[illegible]